

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2005 年 8 月 18 日 (18.08.2005)

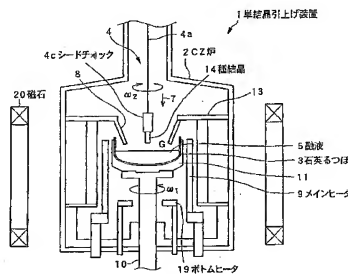
PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/075714 A1

- (51) 国際特許分類: C30B 15/22, 29/06, 30/04 (74) 代理人: 木村 高久, 外(KIMURA, Takahisa et al.); 〒1040043 東京都中央区湊 1 丁目 8 番 1 1 号 千代ビル 6 階 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/001937
- (22) 国際出願日: 2005 年 2 月 9 日 (09.02.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-032670 2004 年 2 月 9 日 (09.02.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): コマツ電子金属株式会社 (KOMATSU DENSHI KINZOKU KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 Kanagawa (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 稲垣 宏 (INAGAKI, Hiroshi) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 柴田 昌弘 (SHIBATA, Masahiro) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 川島 茂樹 (KAWASHIMA, Shigeki) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 福田 信幸 (FUKUDA, Nobuyuki) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
— 補正書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: SINGLE CRYSTAL SEMICONDUCTOR MANUFACTURING APPARATUS AND METHOD

(54) 発明の名称: 単結晶半導体の製造装置および製造方法



- 1 SINGLE CRYSTAL PULL-UP APPARATUS
2 CZ FURNACE
4c SEED CHUCK
20 MAGNET
14 SEED CRYSTAL
5 MELT
9 QUARTZ CRUCIBLE
9 MAIN HEATER
19 BOTTOM HEATER

(57) Abstract: A single crystal semiconductor manufacturing method for realizing a dislocation-free single crystal while not varying or hardly varying the electric power supplied to the heater when and after a seed crystal comes into contact with the melt. The allowable temperature difference T_c not causing dislocation in the seed crystal is determined according to the concentration (C) of the impurities added to the seed crystal (14) and the size (diameter D) of the seed crystal (14). When the seed crystal (14) comes into contact with the melt (5), the power supplied to a bottom heater (19) is fixed, and a magnetic field produced by a magnet (20) is applied to the melt (5). The power supplied to a main heater (9) is controlled so that the temperature at the surface of the melt (5) which the seed crystal (14) comes into contact with may be a target value. After the seed crystal (14) comes into contact with the melt (5), the single crystal silicon is pulled up without performing a necking process.



(57) 要約:

本発明は、種結晶着液の際とその後でヒータへの投入電力を不変ないしはほぼ不変のままで、引き上げられる単結晶の無転位化を実現できることを目的とする単結晶半導体の製造方法である。種結晶（１４）に添加される不純物濃度（Ｃ）と、種結晶（１４）のサイズ（直径Ｄ）とに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差 ΔT_c が求められる。種結晶（１４）が融液（５）に着液する際に、ボトムヒータ（１９）に投入される電力が固定され、磁石（２０）によって磁場が融液（５）に印加される。そして、融液（５）のうち種結晶（１４）が着液する着液面が、目標温度となるように、メインヒータ（９）に投入される電力が制御される。そして、種結晶（１４）が融液（５）に着液後は、ネッキング処理を行うことなく、単結晶シリコンが引き上げられる。

明 細 書

単結晶半導体の製造装置および製造方法

技術分野

- [0001] 本発明は、CZ法(チョクラルスキー法)を用いて単結晶シリコンなどの単結晶半導体を製造するに際して、大口径、大重量の単結晶半導体は無転位で製造することができる装置および方法に関するものである。

背景技術

- [0002] 単結晶シリコンの製造方法の1つにCZ法がある。
- [0003] CZ法で単結晶シリコンを成長させる際に避けられない問題の1つに、種結晶が融液に着液する際に種結晶の固液界面部分に発生する「転位」がある。この転位は、種結晶が融液に着液したとき種結晶内に誘起される熱応力に起因して発生する。
- [0004] この転位を結晶の外に抜くためには、結晶直径を3〜4mmまで細く絞る、いわゆるダッシュネックが必要である。図7に、結晶直径が3〜4mmのダッシュネック部21を形成して転位を結晶の外に抜いた様子を図示する。
- [0005] ところが近年、直径300mm以上の大径のシリコンウェーハ製造の要請があり、大径で大重量の単結晶シリコンインゴットを、問題なく引き上げられることが要求されており、ネックング処理によってネックング部の径を3〜4mm程度に細く絞ったとすると、転位は除去されるものの径が細すぎて大径、大重量の単結晶シリコンインゴットを結晶落下等の不具合なく製造することは不可能になるおそれがある。
- [0006] (従来技術1)
- 後掲する特許文献1には、高濃度に不純物としてボロンBが添加されたシリコン種結晶を用いて、大径、大重量の単結晶シリコンインゴットを、ネックング処理を行わずに無転位の状態で引き上げるという発明が記載されている。
- [0007] しかし、種結晶に導入される転位を抑制させるパラメータは、種結晶に添加される不純物(ボロンB)の濃度のみではない。

特許文献1:特開2001-240493号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0008] 本発明は、種結晶に導入される転位を抑制させるパラメータを新たに見いだし、更に、ネッキング処理を行わずに無転位化の状態で引き上げることを、容易に行えるようにすることを解決課題とするものである。

課題を解決するための手段

- [0009] 第1発明は、

るつぼ内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記加熱手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする。

- [0010] 第2発明は、

るつぼ内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、

るつぼの外側に、当該るつぼに対する加熱量が独立して調整される複数の調整手段が設けられ、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記複数の調整手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする。

- [0011] 第3発明は、第1発明または第2発明において、

種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

を特徴とする。

- [0012] 第4発明は、第2発明において、

前記複数の調整手段のうち、少なくとも、るつぼの底部側の加熱手段については、種結晶が融液に着液する際の加熱量と、単結晶半導体の引き上げ中の加熱量とが、不変ないしはほぼ不変であること
を特徴とする。

[0013] 第5発明は、

るつぼ内の融液を加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を加熱するとともに、融液に磁場を印加すること
を特徴とする。

[0014] 第6発明は、第5発明において、

種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること
を特徴とする。

[0015] 第2発明、第4発明では、たとえば不純物ボロンBが、 5×10^{18} atoms/cc添加された直径7mmのシリコン種結晶14が用いられる。図3に示すように、種結晶14に添加される不純物濃度Cと、種結晶14のサイズ(直径D)とに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差 ΔT_c が求められる(許容温度差 ΔT_c は 100°C)。

[0016] 種結晶14が融液5に着液する際に、ボトムヒータ19に投入される電力が35Kwに固定され、磁石20によって磁場強度3000(Gauss)の磁場(横磁場)が融液5に印加される。そして、融液5のうち種結晶14が着液する着液面が、目標温度(たとえば 1340°C)となるように、メインヒータ9に投入される電力が、クローズドループの制御系で制御される。このためボトムヒータ19への投入電力(Kw)、メインヒータ9への投入電力(Kw)はそれぞれ、35(Kw)、112(Kw)になり(図4のテスト(4))、着液時の種結晶14と融液5との温度差 ΔT が、この許容温度差 ΔT_c (100°C)以下の値(92.2°C)になる。この結果、種結晶14中への転位の導入が抑制される。

- [0017] そして、種結晶14が融液5に着液後は、ネッキング処理を行うことなく、単結晶シリコンが引き上げられる。
- [0018] 種結晶着液後、単結晶シリコンの引き上げ中も引き続き、ボトムヒータ19への投入電力(Kw)が、着液時と同じ電力35(Kw)に維持したまま融液5の温度が目標温度となるように、メインヒータ9に投入される電力が制御される。融液5に対しては、引き続き同じ磁場強度3000(Gauss)の磁場が印加される。
- [0019] この結果、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンが育成される。
- [0020] 以上のように、本発明は、種結晶の不純物濃度以外に、種結晶に導入される転位を抑制させるパラメータを新たに見いだした。そして、これにより、ネッキング処理を行わずに無転位化の状態で引き上げられることを、更に、容易に行えることができるようになった。
- [0021] すなわち、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力が不変ないしはほぼ不変のままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、ヒータの調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。また、本発明によれば、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力が一定レベル以上の高い値(35Kw)に維持されたままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、種結晶着液後にボトムヒータ19に投入される電力を上昇させることで引き上げられる単結晶シリコンの直径が大きく変化することを回避することができる。
- [0022] 第1発明、第3発明、第5発明、第6発明では、加熱手段の概念に、加熱手段が複数ではない単一の加熱手段のものも含まれる。
- [0023] 本発明によれば、種結晶着液の際とその後で(単一の)ヒータへの投入電力が不変ないしはほぼ不変のままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、ヒータの調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。
- [0024] なお、本発明によれば、ダッシュネックは不要となるため、種結晶を融液に着液した後は、直ぐに直径を次第に拡大させながら引き上げる、いわゆる肩工程に移行してもよいし、図8に示すように、着液後に概ね一定直径で結晶成長部22(例えば長さ約50mm)の引上げを実施し、融液温度が適正であることを確認した後に肩工程に移行

してもよい。

図面の簡単な説明

[0025] 図1は実施形態の単結晶引上げ装置を示す図である。

図2は種結晶と融液との温度差と、最高分解せん断応力との関係を示したグラフである。

図3は種結晶直径と種結晶中の不純物濃度と許容温度差との関係を示したグラフである。

図4は融液に磁場を印加した場合とそうでない場合とを比較するために行った実験結果を示した表である。

図5は図1とは異なる単結晶引上げ装置を示す図である。

図6は、種結晶に添加される各種元素と熱ショック転位が導入されない濃度範囲との関係を示した表である。

図7は、ダッシュネック部を示す図である。

図8は、着液後の結晶成長部を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

[0026] 以下図面を参照して実施形態の装置について説明する。

[0027] 図1は実施形態の構成を側面からみた図である。

[0028] 同図1に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置1は、単結晶引上げ用容器としてのCZ炉(チャンバ)2を備えている。図1の単結晶引上げ装置1は、大径(たとえば直径300mm)、大重量の単結晶シリコンインゴットを製造するに好適な装置である。

[0029] CZ炉2内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液5として収容する石英るつぼ3が設けられている。なお、直径300mmの単結晶シリコンを引き上げるためには、300kg程度の多結晶シリコンが石英るつぼ3内にチャージされる。石英るつぼ3は、その外側が黒鉛るつぼ11によって覆われている。石英るつぼ3の外側にあって側方には、石英るつぼ3内の多結晶シリコン原料を加熱して溶融する、円筒形状のメインヒータ9が設けられている。石英るつぼ3の底部には、石英るつぼ底面を補助的に加熱して、石英るつぼ3の底部の融液5の固化を防止する、円環形状のボトムヒータ19が設けられている。メインヒータ9、ボトムヒータ19はそれらの出力(パワー;kW)は独立して

制御され、融液5に対する加熱量が独立して調整される。たとえば、融液5の温度が検出され、検出温度をフィードバック量とし融液5の温度が目標温度になるように、メインヒータ9、ボトムヒータ19の各出力が制御される。

- [0030] なお実施形態ではヒータ9、19によって融液5を外部より加熱しているが、加熱手段としてはヒータに限定されるものではなく、いかなる加熱手段を使用してもよい。たとえば電磁加熱による方法、レーザ照射による加熱を採用してもよい。
- [0031] メインヒータ9とCZ炉2の内壁との間には、保温筒13が設けられている。
- [0032] 石英るつぼ3の上方には引上げ機構4が設けられている。引上げ機構4は、引上げ軸4aと引上げ軸4aの先端のシードチャック4cを含む。シードチャック4cによって種結晶14が把持される。ここで、引上げ軸4aは、たとえばシャフトやワイヤであり、シャフトでの引上げやワイヤでの巻き上げが行われる。
- [0033] 石英るつぼ3内で多結晶シリコン(Si)が加熱され溶融される。融液5の温度が安定化すると、引上げ機構4が動作し融液5から単結晶シリコン(単結晶シリコンインゴット)が引き上げられる。すなわち引上げ軸4aが降下され引上げ軸4aの先端のシードチャック4cに把持された種結晶14が融液5に浸漬される。種結晶14を融液5になじませた後引上げ軸4aが上昇する。シードチャック4cに把持された種結晶14が上昇するに応じて単結晶シリコンが成長する。引上げの際、石英るつぼ3は回転軸10によって回転速度 ω_1 で回転する。また引上げ機構4の引上げ軸4aは回転軸10と逆方向にあるいは同方向に回転速度 ω_2 で回転する。
- [0034] また回転軸10は鉛直方向に駆動することができ、石英るつぼ3を上下動させ任意の位置に移動させることができる。
- [0035] CZ炉2内と外気を遮断することで炉2内は真空(たとえば20Torr程度)に維持される。すなわちCZ炉2には不活性ガスとしてのアルゴンガス7が供給され、CZ炉2の排気口からポンプによって排気される。これにより炉2内は所定の圧力に減圧される。
- [0036] 単結晶引上げのプロセス(1バッチ)の間で、CZ炉2内には種々の蒸発物が発生する。そこでCZ炉2にアルゴンガス7を供給してCZ炉2外に蒸発物とともに排気してCZ炉2内から蒸発物を除去しクリーンにしている。アルゴンガス7の供給流量は1バッチ中の各工程ごとに設定する。

- [0037] 単結晶シリコンの引上げに伴い融液5が減少する。融液5の減少に伴い融液5と石英るつぼ3との接触面積が変化し石英るつぼ3からの酸素溶解量が変化する。この変化が、引き上げられる単結晶シリコン中の酸素濃度分布に影響を与える。そこで、これを防止するために、融液5が減少した石英るつぼ3内に多結晶シリコン原料または単結晶シリコン原料を引上げ後あるいは引上げ中に追加供給してもよい。
- [0038] 石英るつぼ3の上方にあつて、単結晶シリコンの周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽板8(ガス整流筒)が設けられている。熱遮蔽板8は、保温筒13に支持されている。熱遮蔽板8は、CZ炉2内に上方より供給されるキャリアガスとしてのアルゴンガス7を、融液表面5aの中央に導き、さらに融液表面5aを通過させて融液表面5aの周縁部に導く。そして、アルゴンガス7は、融液5から蒸発したガスとともに、CZ炉2の下部に設けた排気口から排出される。このため液面上のガス流速を安定化することができ、融液5から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。
- [0039] また熱遮蔽板8は、種結晶14および種結晶14により成長される単結晶シリコンを、石英るつぼ3、融液5、メインヒータ9などの高温部で発生する輻射熱から、断熱、遮蔽する。また熱遮蔽板8は、単結晶シリコンに、炉内で発生した不純物(たとえばシリコン酸化物)等が付着して、単結晶育成を阻害することを防止する。熱遮蔽板8の下端と融液表面5aとの間隙のギャップGの大きさは、回転軸10を上昇下降させ、石英るつぼ3の上下方向位置を変化させることで調整することができる。また熱遮蔽板8を昇降装置により上下方向に移動させてギャップGを調整してもよい。
- [0040] CZ炉2の外側にあつて周囲には、石英るつぼ3内の融液5に磁場(横磁場)を印加する磁石20が設けられている。
- [0041] 図2は、種結晶14が融液5に着液する際の種結晶14の先端面と融液5(着液面)との温度差 $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ と、種結晶14中の最高分解せん断応力MRSS(MPa)との関係を示している。ここで種結晶14中の最高分解せん断応力MRSS(MPa)とは、融液5への着液時に種結晶14に加わる熱応力の最高値であり、種結晶14中に熱ショックによる転位が導入される指標を示すものである。図2は、伝熱解析計算(FEMAG)により算出した温度差 ΔT と、応力解析(FEMAG)により算出した最高分解せん断応力MRSSをプロットしたものである。

- [0042] 同図2に示すように、温度差 ΔT が小さくなるほど、種結晶14中の最高分解せん断応力MRSSが小さくなり、種結晶14中に熱ショックによる転位が導入されにくくなる。
- [0043] 一方、本発明者らは、種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差(熱応力)を予め求め、種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、その許容温度差以下になるように、るつぼの外側のヒータの出力を調整するという発明を既に特許出願している(特願2002-204178号)。この特願2002-204178号では、種結晶14に添加される不純物(たとえばボロンB)の濃度Cと、種結晶14のサイズ(直径D)と、臨界分解せん断応力(CRSS;MPa)と、許容温度差 ΔT_c との関係を開示した。
- [0044] すなわち、図3は、種結晶14の直径D(mm)を横軸にとり、着液する際の種結晶14の先端の温度と融液5(着液面)の温度との許容温度差 ΔT_c を縦軸にとり、直径Dと許容温度差 ΔT_c の間の対応関係を特性L1、L2、L3にて示している。特性L1、L2、L3に示すように、種結晶直径Dと許容温度差 ΔT_c の間にはほぼ反比例の関係が成立する。つまり種結晶直径Dが大きくなるに伴い、着液時に種結晶14に印加される熱衝撃応力は大きくなり、それに応じて許容温度差 ΔT_c を小さくする必要がある。
- [0045] ここで許容温度差 ΔT_c とは、種結晶14中に転位が導入されない上限の温度差のことである。
- [0046] 特性L1、L2、L3は、種結晶14の機械的強度の指標の一つである臨界分解せん断応力(CRSS;MPa)の大きさの違いを示している。臨界分解せん断応力(CRSS)とは、この応力を超えると種結晶14に転位が導入される臨界的な応力のことである。図中で特性L1が臨界分解せん断応力(CRSS)が最も小さく(5MPa)、特性L2が特性L1よりも臨界分解せん断応力(CRSS)が大きく(10MPa)、特性L3が臨界分解せん断応力(CRSS)が最も大きい(15MPa)。
- [0047] 臨界分解せん断応力(CRSS)は、種結晶14に添加される不純物の種類、濃度Cによって変化する。本実施形態では不純物の種類としてボロンBを想定している。
- [0048] 種結晶14に添加される不純物の濃度Cが高くなるに応じて臨界分解せん断応力(CRSS)が大きくなる。種結晶14に添加される不純物の濃度CがC1、C2、C3と高くなるに応じて特性がL1、L2、L3と変化する。なお図3では不純物の濃度Cが3種類の

場合を代表して示しているが、不純物の濃度Cが、より多段階に、また連続的に変化するに依りて、特性は多段階に、あるいは連続的に変化する。

- [0049] このため種結晶14の直径Dがたとえば同じ値D' 3であれば不純物濃度CがC1、C2、C3と高くなるに依りてL1、L2、L3と変化するので、許容温度差 ΔT_c は大きくなる。また許容温度差 ΔT_c がたとえば同じ値 ΔT_{c0} であれば種結晶14の直径DがD1、D2、D3と大きくなるに依りてL1、L2、L3と変化するので、不純物濃度CをC1、C2、C3と大きくすればよい。
- [0050] 不純物の種類がボロンBの場合について説明したが、ボロンB以外のゲルマニウムGe、インジウムIn等の各種不純物を種結晶14に添加する場合にも同様の関係が成立し得る。
- [0051] したがって、種結晶14に所定の濃度C添加されており、種結晶14のサイズ(直径)が所定値Dになっている場合の許容温度差 ΔT_c を、図3に示す特性L1、L2、L3から、求めることができ、着液時の種結晶14と融液5との温度差 ΔT が、この許容温度差 ΔT_c 以下になるように、各ヒータ9、19の電力を調整すれば、ネッキング処理を行うことなく種結晶14への転位の導入を防ぐことができる。
- [0052] 不純物ボロンBが、 5×10^{18} atoms/cc添加された直径7mmのシリコン種結晶14では、許容温度差 ΔT_c は 100°C となり、着液時の種結晶14と融液5との温度差 ΔT が、この許容温度差 ΔT_c (100°C)以下になるように、各ヒータ9、19の電力を調整できれば、ネッキング処理を行うことなく、安定して無転位化が可能である。
- [0053] 図4は、融液5に印加される磁場が、上記温度差 ΔT に与える影響を調べた実験結果を示している。実験では、不純物ボロンBが、 5×10^{18} atoms/cc添加された直径7mmのシリコン種結晶14を用い(許容温度差 ΔT_c は 100°C)、シリコン種結晶14が融液5に着液する際のボトムヒータ19への投入電力(Kw)、メインヒータ9への投入電力(Kw)を種々変化させたテスト(1)～(6)を行い、磁石20によって磁場強度3000(Gauss)の磁場を融液5に印加した場合(テスト(4)～(6))と、磁場を印加しない場合(テスト(1)～(3))とで、シリコン種結晶14に転位が導入されるか否かを調べた。図4では、種結晶14中に転位が導入され単結晶シリコンが有転位化したものについては、×印を、種結晶14中に転位が導入されず単結晶シリコンが無転位化したものにつ

いては、○印を付している。実験では、300kgの多結晶シリコンをチャージし、直径300mmの単結晶シリコンを引き上げた。また、実験では、ボトムヒータ19に投入される電力を各値(0Kw、10Kw、35Kw)に固定し、融液5のうち種結晶14が着液する着液面が、目標温度(たとえば1340°C)となるように、メインヒータ9に投入される電力を、クローズドループの制御系で制御した。

[0054] 同図4に示すように、融液5に磁場を印加しない場合には(テスト(1)ー(3))、ボトムヒータ19への投入電力を0(Kw)に、メインヒータ9への投入電力を138(Kw)に調整したテスト(3)のみが許容温度差 ΔT_c (100°C)以下の温度差95.6(°C)となっており、無転位化が確認されたが、それ以外のボトムヒータ9への投入電力を0Kwよりも高い値にした(10Kw、35Kw)テスト(1)、(2)については、許容温度差 ΔT_c を越えた温度差(111.1°C、103.2°C)となってしまう、有転位化されることが確認された。

[0055] これに対して、融液5に磁場を印加した場合には(テスト(4)ー(6))、ボトムヒータ19、メインヒータ9への投入電力(投入電力比率)如何にかかわらず、許容温度差 ΔT_c (100°C)以下の温度差が得られ(92.2°C、82.5°C、78.5°C)が得られ、全てのテスト水準での無転位化が確認された。特に、ボトムヒータ9への投入電力を0Kwよりも高い値にした(10Kw、35Kw)テストでは、磁場を印加しない場合には有転位化されているのに対して、磁場を印加した場合には無転位化されるという差異が確認された。なお、図2には、図4で無転位化が実現されている点(○印)と、有転位化している点(×印)を、プロットして示している。

[0056] 以上のような、融液5に磁場を印加することによりヒータ投入電力如何にかかわらず無転位化が容易に実現される理由は、以下のように説明される。

[0057] すなわち、融液5に磁場が印加されることにより、融液5内の対流が抑制される。このため融液5内で熱伝達が抑制され、融液5の図1中の横方向の温度差が大きくなり、融液5のうち種結晶14が着液する部分(着液面)の温度が低下する。これにより融液5の当該着液面の目標温度を維持するためにメインヒータ9への投入電力が上昇に転じる。メインヒータ9への投入電力が上昇すると輻射熱増大により種結晶14の温度が上昇し、種結晶14の温度が融液5(種結晶14よりも温度が高い)の温度に近づ

き、温度差 ΔT が縮小する。このため種結晶14中の最高分解せん断応力MRSS (MPa)、つまり着液に伴う熱応力最大値が小さくなり、転位が、より導入されにくくなる。

[0058] なお、融液5に印加される磁場の強度としては1500 (Gauss) 以上であることが望ましい。これは、磁場強度が1000から1500 (Gauss) では、融液5中で温度変動が激しくなる不安定な部位が出現し、結晶の直径変動が生じるという不具合が生じるおそれがあり、1000 (Gauss) 以下では、対流抑制効果が小さいため、結晶直径の制御性が劣るからである。

[0059] (実施例1)

図4に示す実験結果に基づく実施例1について説明する。

[0060] この実施例1では、不純物ボロンBが、 5×10^{18} atoms/cc添加された直径7mmのシリコン種結晶14を用い(許容温度差 ΔT_c は 100°C)、種結晶14が融液5に着液する際に、ボトムヒータ19に投入される電力を35Kwに固定し、磁石20によって磁場強度3000 (Gauss) の磁場(横磁場)を融液5に印加した。そして、融液5のうち種結晶14が着液する着液面が、目標温度(たとえば 1340°C)となるように、メインヒータ9に投入される電力を、クローズドループの制御系で制御した。このためボトムヒータ19への投入電力(Kw)、メインヒータ9への投入電力(Kw)はそれぞれ、図4に示すテスト(4)と同様に、35 (Kw)、112 (Kw) になり、着液時の種結晶14と融液5との温度差 ΔT が、この許容温度差 ΔT_c (100°C) 以下の値 (92.2°C) になり、種結晶14中への転位の導入が抑制された。

[0061] そして、種結晶14が融液5に着液後は、ネッキング処理を行うことなく、単結晶シリコンを引き上げた。種結晶着液後、単結晶シリコンの引き上げ中も引き続き、ボトムヒータ19への投入電力(Kw)を、着液時と同じ電力35 (Kw) に維持したまま融液5の温度が目標温度となるように、メインヒータ9に投入される電力を制御した。融液5に対しては、引き続き同じ磁場強度3000 (Gauss) の磁場を印加した。つまり種結晶14が融液5に着液する際に印加される磁場の強さは、単結晶成長時に印加する磁場の強さと同じである。

[0062] この結果、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを育成することができた。

- [0063] 本実施例により、ダッシュネックは不要となるため、種結晶を融液に着液した後は、直ぐに直径を次第に拡大させながら引き上げる、いわゆる肩工程に移行してもよいし、図8に示すように、着液後に概ね一定直径で結晶成長部22(例えば長さ約50mm)の引上げを実施し、融液温度が適正であることを確認した後に肩工程に移行してもよい。結晶成長部22の直径(最小結晶径)は、4mm以上であることが望ましい。
- [0064] 本実施例によれば、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力を不変のままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、ヒータの調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。また、本実施例によれば、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力が一定レベル以上の高い値(35Kw)に維持されたままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、種結晶着液後にボトムヒータ19に投入される電力を上昇させることで引き上げられる単結晶シリコンの直径が大きく変化することを回避することができる。
- [0065] また、本実施例によれば、直胴部を形成する熱環境と同じ環境に近づけることができるので、直径の変動や有転位の発生を抑制でき、結晶引上げを支える首部(結晶成長部の最初の部位)の径もねらいとする径より小さくなることもなく、強度不足による引上げ困難となることが防止される。
- [0066] なお、種結晶14が融液5に着液する際には、上述した昇降装置によって熱遮蔽板8を上昇させて、種結晶5に、より多くの輻射熱が加わるようにして、温度差 ΔT を、より縮小させてもよい。
- [0067] また、種結晶14に添加される不純物の濃度と、融液5中の不純物の濃度との差を一定レベル以下にすることで、熱ショックによる転位のみならず、種結晶14と融液5との接合面での格子不整合による転位(ミスフィット転位)の導入を回避するようにすることが望ましい。
- [0068] 融液5側に添加する不純物種、不純物濃度は客先である半導体デバイスメーカーが指定するスペックで決まる。具体的には、不純物Bであれば、 $5 \times 10^{14} \sim 2 \times 10^{19} \text{ atoms/cc}$ の範囲内の所定濃度、不純物Pであれば、 $1 \times 10^{14} \sim 8 \times 10^{18} \text{ atoms/cc}$ の範囲内の所定濃度、不純物Sbであれば、 $2 \times 10^{17} \sim 1 \times 10^{19} \text{ atoms/cc}$ の範囲内の所定濃度、不純物As

であれば、 $5 \times 10^{18} \sim 1 \times 10^{20}$ atoms/ccの範囲内の所定濃度である。

- [0069] 格子不整合による転位を抑制するには、種結晶14と単結晶シリコンとの接合部における格子不整合率が0.01%以下となるよう、融液5側の不純物種、不純物濃度に応じて、予め不純物種、添加濃度を調整した種結晶14を使用することが望ましい。
- [0070] なお、本実施例では、種結晶14が融液5に着液する際に印加される磁場の強さを、単結晶成長時に印加する磁場の強さと同じとしているが、種結晶14が融液5に着液する際に印加される磁場の強さを、単結晶成長時に印加する磁場の強さよりも大きくしてもよい。
- [0071] また、本実施例1では、直径7mmのシリコン種結晶14を用いた場合を想定して説明したが、直径4mm以上のシリコン種結晶であれば、同様にして、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを育成することができる。重量200kgを越す直径300mmの単結晶シリコンを引き上げるには、シリコン種結晶14の直径は、5mm以上が望ましい。
- [0072] (実施例2)
- また図1の単結晶引き上げ装置1に代えて図5に示す単結晶引き上げ装置1を使用してもよい。
- [0073] 図5に示す装置では、ボトムヒータ19の配設が省略され、メインヒータ9が石英るつぼ3の上下方向に沿って、上下2段のヒータ9a、9bに分割されている。ヒータ9a、9bは、石英るつぼ3に対する加熱量、つまり出力を独立して調整することができる。実施形態装置では、ヒータ9を2段に分割しているが、3以上に分割してもよい。
- [0074] このような構成のマルチヒータであっても実施例1と同様に、融液5に磁場を印加すれば、ボトム側(下側)ヒータ9bへの投入電力を種結晶着液の際とその後で同じ一定レベル以上の高い値(35Kw)に維持したままで、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを引き上げることができる。
- [0075] (実施例3)
- 上述した実施例では、単結晶引き上げ装置1にマルチヒータが備えられた場合を想定して説明した。しかし、単結晶引き上げ装置1にシングルヒータが備えられている場

合にも、磁場を融液5に印加することで、同様にして、容易に無転位化が実現される。

- [0076] すなわち図1において、ボトムヒータ19の配設が省略されたメインヒータ9のみのシングルヒータの構成とした場合においても、同様に、融液5に磁場を印加すれば、ヒータ9への投入電力を種結晶着液の際とその後で同じ値あるいはほぼ同じ値に維持したままで、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを引き上げることができる。このため、ヒータ調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。
- [0077] 上述した実施例では、不純物の種類がボロンBの場合について説明したが、ボロンB以外のガリウムGa、インジウムIn等の各種不純物を種結晶14に添加する場合にも、同様にして、熱ショックによる種結晶中への転位導入が抑制され、単結晶シリコンを無転位で育成することができる。
- [0078] 図6は、各種元素を種結晶14に添加した場合に、熱ショックによる種結晶中への転位導入が抑制される濃度範囲を示している。すなわち、不純物Bであれば、 1×10^{18} atoms/cc以上添加すればよい。これは、引上げ後に、種結晶14と着液後に新たに形成した結晶との界面部分をX線で評価したところ、種結晶14に不純物ボロンBを 1×10^{18} atoms/cc以上添加した場合には、転位の導入がみられなかったからである。また、不純物Gaであれば、 5×10^{19} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Inであれば、 1×10^{16} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Pであれば、 1×10^{19} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Asであれば、 5×10^{19} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Sbであれば、 1×10^{19} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Geであれば、 5×10^{19} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Nであれば、 5×10^{13} atoms/cc以上添加すればよく、不純物Cであれば、 8×10^{16} atoms/cc以上添加すればよい。
- [0079] なお、上述した説明では、種結晶14のサイズとして、直径Dを例にとり許容温度差 ΔT_c を求める場合について説明したが、それ以外の種結晶14の先端面の面積等を種結晶14のサイズとして、許容温度差 ΔT_c を求めるようにしてもよい。

請求の範囲

- [1] るつぼ内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げるにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、
- 種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記加熱手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること
- を特徴とする単結晶半導体の製造装置。
- [2] るつぼ内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げるにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、
- るつぼに対する加熱量が独立して調整される複数の調整手段が設けられ、
- 種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記複数の調整手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること
- を特徴とする単結晶半導体の製造装置。
- [3] 種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること
- を特徴とする請求項1または2記載の単結晶半導体の製造装置。
- [4] 前記複数の調整手段のうち、少なくとも、るつぼの底部側の加熱手段については、種結晶が融液に着液する際の加熱量と、単結晶半導体の引き上げ中の加熱量とが、不変ないしはほぼ不変であること
- を特徴とする請求項2記載の単結晶半導体の製造装置。
- [5] るつぼ内の融液を加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げるにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、
- 種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を加熱するとともに、融液に磁場を印

加すること

を特徴とする単結晶半導体の製造方法。

- [6] 種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

を特徴とする請求項5記載の単結晶半導体の製造方法。

補正書の請求の範囲

[2005年6月24日 (24. 06. 05) 国際事務局受理：新しい請求の範囲
7が加えられた；他の請求の範囲は変更なし。(1頁)]

加すること

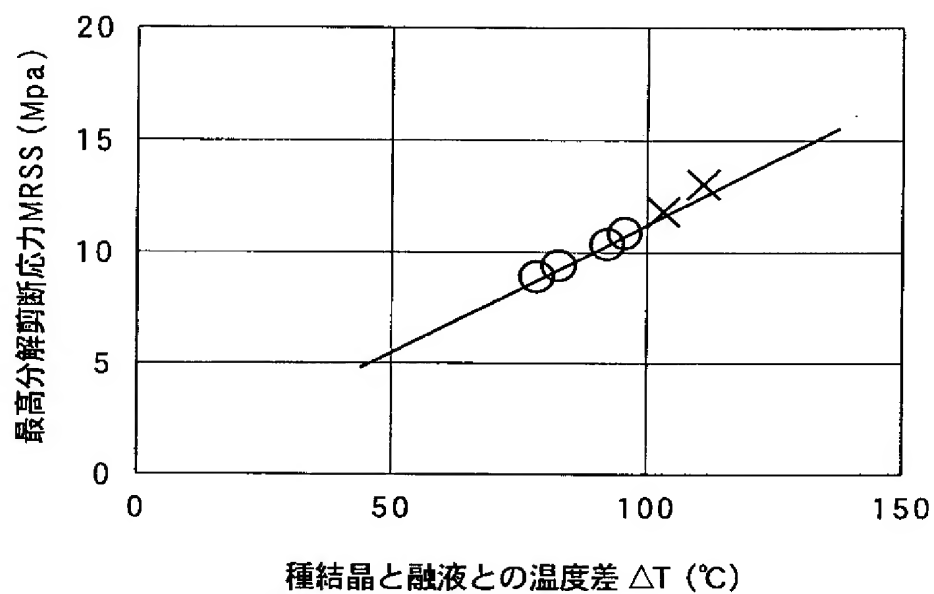
を特徴とする単結晶半導体の製造方法。

- [6] 種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

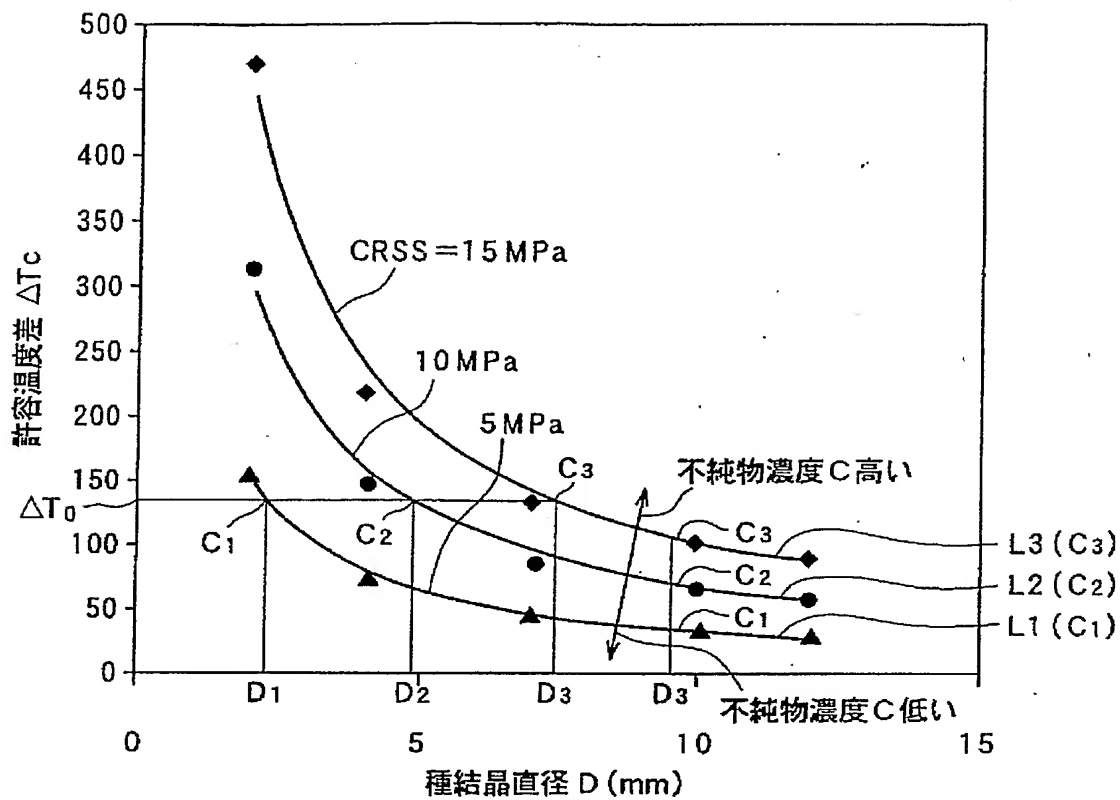
を特徴とする請求項5記載の単結晶半導体の製造方法。

- [7] るつぼの融液を加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を加熱するとともに、種結晶を融液に着液させる前に融液に磁場を印加することを特徴とする単結晶半導体の製造方法。

[図2]



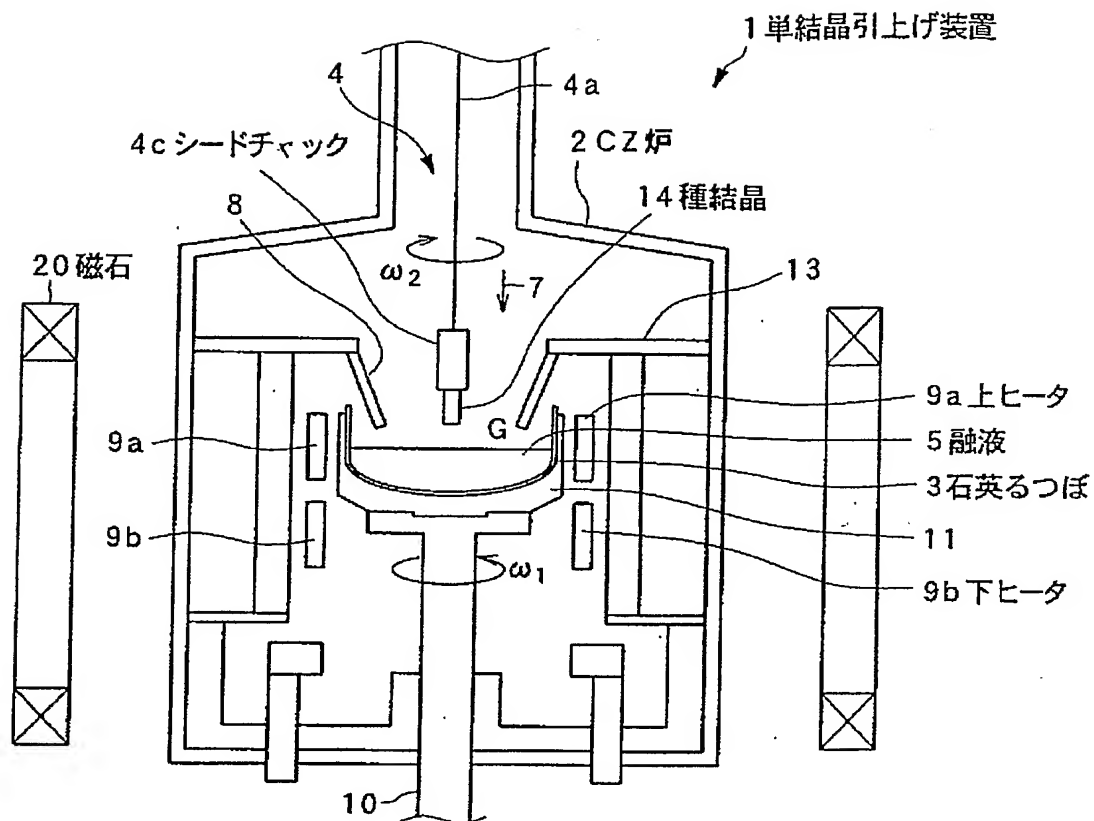
[図3]



[図4]

テストNo	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
磁界強度 (Gauss)	0	0	0	3000	3000	3000
ボトムヒータ投入電力 (Kw)	35	10	0	35	10	0
メインヒータ投入電力 (Kw)	105	120	138	112	126	143
種結晶と融液との温度差 ΔT (°C)	111.1	103.2	95.6	92.2	82.5	78.5
結果 (無転位:○、有転位:×)	×	×	○	○	○	○

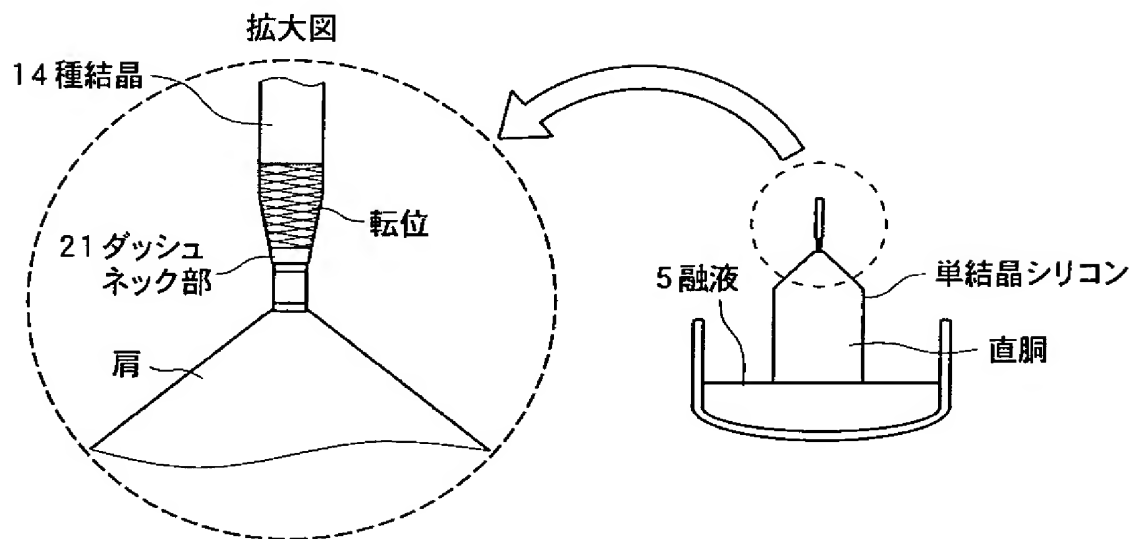
[図5]



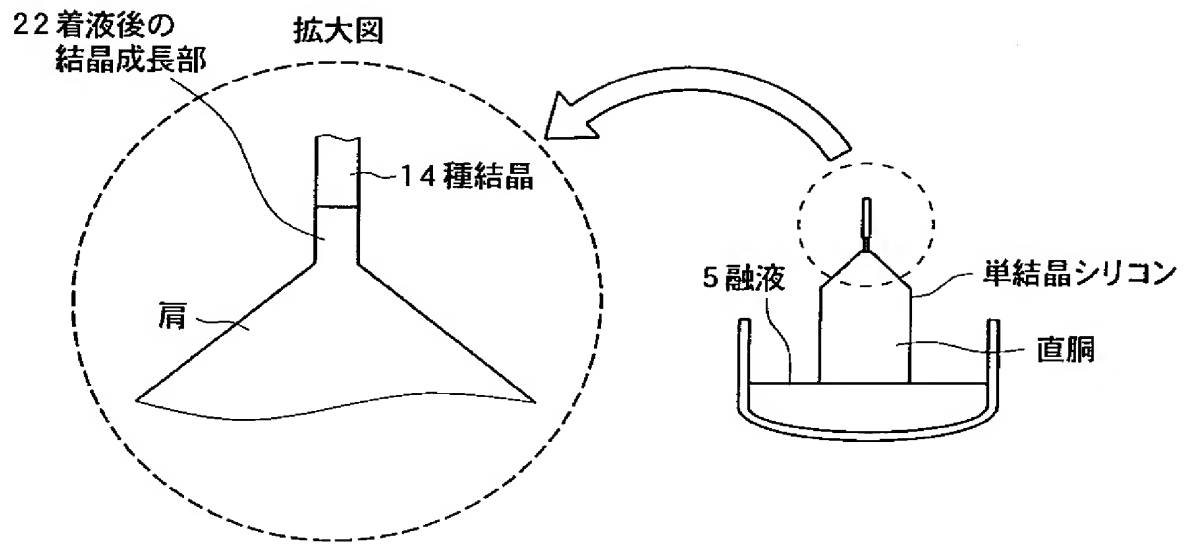
[図6]

元素	濃度 (atoms/cc)
B	$\geq 1e18$
Ga	$\geq 5e19$
In	$\geq 1e16$
P	$\geq 1e19$
As	$\geq 5e19$
Sb	$\geq 1e19$
Ge	$\geq 5e19$
N	$\geq 5e13$
C	$\geq 8e16$

[図7]



[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/001937

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C30B15/22, 29/06, 30/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C30B15/22, 29/06, 30/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 9-249492 A (Sumitomo Sitix Corp.), 22 September, 1997 (22.09.97), Claims; Par. No. [0010] (Family: none)	1, 2, 4, 5
Y	WO 2001/063026 A1 (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 30 August, 2001 (30.08.01), Claims; page 7, line 20 to page 8, line 1; page 11, line 24 to page 12, line 9; table 1 & EP 1193332 A1 & KR 2002006710 A & US 6506251 B1 & TW 546426 A	1, 2, 4, 5



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&"

document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

08 April, 2005 (08.04.05)

Date of mailing of the international search report

26 April, 2005 (26.04.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/001937

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 11-302096 A (Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.), 02 November, 1999 (02.11.99), Par. No. [0005] & US 6171393 B1	1,2,4,5 3,6
Y	JP 2003-002782 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 08 January, 2003 (08.01.03), Par. No. [0033]; Fig. 8 (Family: none)	2,4

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. ⁷ C30B15/22, 29/06, 30/04			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. ⁷ C30B15/22, 29/06, 30/04			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2005年 日本国実用新案登録公報 1996-2005年 日本国登録実用新案公報 1994-2005年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
Y	JP 9-249492 A (住友シチックス株式会社) 1997.09.22, 【特許請求の範囲】 , 【0010】 (ファミリーなし)	1, 2, 4, 5	
Y	WO 2001/063026 A1 (信越半導体株式会社) 2001.08.30, 【請求の範囲】 , 第7頁20行-第8頁1行, 第11頁24行-第12頁9行 【表1】 & EP 1193332 A1 & KR 2002006710 A & US 6506251 B1 & TW 546426 A	1, 2, 4, 5	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 08.04.2005		国際調査報告の発送日 26.4.2005	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 宮澤 尚之	4 G 3551
		電話番号 03-3581-1101 内線	3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y A	JP 11-302096 A (コマツ電子金属株式会社) 1999.11.02, 【0005】 & US 6171393 B1	1, 2, 4, 5 3, 6
Y	JP 2003-002782 A (東芝セラミックス株式会社) 2003.01.08, 【0033】, 【図8】 (ファミリーなし)	2, 4